

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/007572

International filing date: 14 April 2005 (14.04.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-120429  
Filing date: 15 April 2004 (15.04.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 12 May 2005 (12.05.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

14. 4. 2005

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

PCT/JP2005/007572

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日            2 0 0 4 年   4 月 1 5 日  
Date of Application:

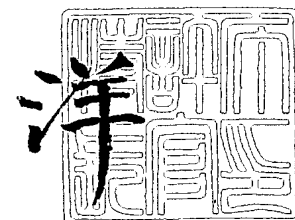
出 願 番 号            特 願 2 0 0 4 - 1 2 0 4 2 9  
Application Number:  
[ST. 10/C]:            [ J P 2 0 0 4 - 1 2 0 4 2 9 ]

出      願      人            昭 和 電 工 株 式 会 社  
Applicant(s):

2 0 0 5 年   3 月 1 4 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川



出証番号   出証特 2 0 0 5 - 3 0 2 1 6 4 6

【書類名】 特許願  
【整理番号】 PSDK4222  
【提出日】 平成16年 4月15日  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 C08K 3/04  
H01B 1/24

【発明者】  
【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区大川町 5 - 1 昭和電工株式会社 研究開発センター内  
【氏名】 長尾 勇志

【発明者】  
【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区大川町 5 - 1 昭和電工株式会社 研究開発センター内  
【氏名】 山本 竜之

【特許出願人】  
【識別番号】 000002004  
【氏名又は名称】 昭和電工株式会社

【代理人】  
【識別番号】 100070378  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 菊地 精一

【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 054634  
【納付金額】 16,000円

【提出物件の目録】  
【物件名】 特許請求の範囲 1  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 図面 1  
【物件名】 要約書 1  
【包括委任状番号】 9722913

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

導電性樹脂複合材のための炭素系導電性フィラーであり、繊維径 50～200 nm、アスペクト比 15～1000、ラマン散乱スペクトルの  $1580\text{ cm}^{-1}$  及び  $1360\text{ cm}^{-1}$  のピーク強度比 ( $I_0 = I_{1360} / I_{1580}$ ) : 0.1～1 の気相法炭素繊維であってマトリックス樹脂に添加した場合、該マトリックス樹脂の衝撃特性を低下させないことを特徴とする炭素系導電性フィラー。

**【請求項 2】**

炭素系の導電性フィラーが BET 比表面積  $5 \sim 50\text{ m}^2/\text{g}$  の気相法炭素繊維である請求項 1 に記載の炭素系導電性フィラー。

**【請求項 3】**

マトリックスマトリックス樹脂中に気相法炭素繊維を含有する複合材料において、請求項 1 又は 2 に記載の気相法炭素繊維の含有量が 3～70 質量%であることを特徴とする導電性樹脂複合材組成物。

**【請求項 4】**

マトリックス樹脂が、熱可塑性合成樹脂及び熱硬化性合成樹脂の少なくとも 1 種である請求項 3 に記載の導電性樹脂複合材組成物。

**【請求項 5】**

マトリックス樹脂に、エラストマー又はゴム成分を添加した合成樹脂である請求項 3 又は 4 に記載の導電性樹脂複合材組成物。

**【請求項 6】**

衝撃特性が、ASTM D 256 に準拠したノッチ付 IZOD 衝撃において、[炭素系導電性フィラー含有マトリックス樹脂/マトリックス樹脂] = 1～1.5 である請求項 3～5 のいずれか 1 項に記載の導電性樹脂複合材組成物。

**【請求項 7】**

請求項 3～6 のいずれか 1 項に記載の導電性樹脂複合材組成物を用いた合成樹脂成形体。

**【請求項 8】**

請求項 3～6 のいずれか 1 項に記載の導電性樹脂複合材組成物を用いた電気・電子部品用容器。

## 【書類名】明細書

【発明の名称】炭素系導電性フィラーおよびその組成物

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、炭素系導電性フィラーおよびその組成物に関する。さらに詳しくは、樹脂本来の衝撃特性を低下させないで、導電性、強度、弾性率、さらには成形時の流動性を得ることができる炭素系導電性フィラーおよびその組成物に関するものである。

## 【背景技術】

## 【0002】

従来、電気絶縁性である熱可塑性樹脂に導電性フィラーを混合し、導電性や帯電防止性などの特性を付与することは古くから行われており、そのために各種導電性フィラーが用いられている。一般に使用されるものとしては、カーボンブラック、黒鉛、気相法炭素繊維、炭素繊維等のグラファイト構造を有する炭素系導電性フィラー、金属繊維、金属粉末、金属箔等の金属および金属酸化物の金属系導電性フィラー、金属をコーティングした無機フィラーなどが挙げられる。

## 【0003】

これらの中で導電性以外に、環境安定性（耐食性等）、金属粉による電気障害および摺動性（成形加工時の成形機のスクリュウの摩耗等）等の問題が少ないとされる炭素系導電性フィラーを使用する試みがなされており、その使用領域が拡大する傾向を見せている。特に、少量の導電性フィラーの混合で高い導電性を得るために、カーボンブラックおよび中空炭素フィブリルの使用が進みつつある。しかしながら、これらを配合した樹脂組成物は、導電性を得るために炭素系導電性フィラーを添加すると、フィラーの配合量の増大と共に成形品からの炭素微粒子の脱離、導電性を付与するに伴い樹脂本来の衝撃特性が損なわれることが避けられず、耐衝撃性改善のため、炭素系導電性フィラーを添加して導電性を高めた樹脂組成物に、導電性を低下させることがあるエラストマーを添加して衝撃特性を上げる工夫や耐衝撃性を必要としない分野への適用や製品形状を工夫するなどがなされている。しかし現在の市場の要求は以下に示すように一層厳しくなる傾向にあり、上記の対策では十分に対応できるものではない。

## 【0004】

具体的には、OA機器や電子機器では小型軽量化や高集積化、高精度化が進み、これに伴い、電気電子部品への塵や埃の付着を極力低減させるという要求があり、導電性プラスチックに対する市場からの同様な要求は年々多く、且つ厳しくなっている。例えば、半導体に使われるICチップや、ウェハー、コンピューターに使われるハードディスクの内部部品などにおいては耐衝撃性、耐塵埃付着性（導電性）、成形品からの炭素微粒子の脱離防止の要求が一層厳しく、電子部品等の分野に使用する導電性プラスチックに帯電防止性を付与し、耐衝撃性と共に塵や埃の発生及び付着を完全に防止することが強く要求されてきた。

また、自動車外装部品に関しても、例えば導電性を付与した樹脂成形品に電気を流し、それと反対の電荷を付加した塗料を吹き付ける「静電塗装」が行われている。これは、成形品表面と塗料とに反対の電荷を持たせることによって互いに引き合う性質を利用し、塗料の成形品表面への付着率を向上させたものである。このような用途では下地塗料に導電性を付与することが必要であり、このため衝撃特性が低下することは致命的である。

## 【0005】

導電性フィラーとしての炭素繊維では、導電性プラスチックの強度、剛性等の力学的特性を改良することを目的として、プラスチックとの親和性を高めるために、表面酸化処理が行われている。その場合、炭素系導電性フィラーと樹脂の濡れ性が良くなり、分散性が増すが、そのため導電性を確保するための導電ネットワークを破壊してしまい、炭素系導電性フィラーの添加量に対して、導電性の効果が非常に下がるのが現状である。一方、衝撃特性を改良する試みとして、一般的には、導電性フィラーの表面にカップリング剤を付着させ、樹脂との界面強度を上げることが行われているが、グラファイト構造を有する炭

素系導電性フィラーは、化学的、熱的に安定でカップリング剤の機能が十分に発揮できていない。

#### 【0006】

なお繊維径が $0.01 \sim 5 \mu\text{m}$ の気相法炭素繊維の黒鉛化物を $1 \sim 80$ 質量%で構成された導電摺動部材用樹脂組成物なる提案(特許文献1)があるが、極めて広範な範囲の権利を主張した発明であるが、追試しても実施できないものが含まれているため信憑性に乏しいものである。

#### 【0007】

【特許文献1】特開平2-298554号公報

#### 【発明の開示】

#### 【発明が解決しようとする課題】

#### 【0008】

導電性を得るために、樹脂に炭素系導電性フィラーを添加すると、成形品からの炭素微粒子の脱離量の増大、導電性を付与するに伴い樹脂本来の衝撃特性が損なわれることが避けられなかったが、本発明は、絶縁性の樹脂に導電性を付与すると共に、樹脂本来の成形時の流動性、衝撃特性を低下させないで、強度、弾性率、さらには、成形品の表面平滑性を得ることができる炭素系導電性フィラーおよびその組成物を得ることを目的とする。

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0009】

本発明は、前記課題を解決するため、本発明者は鋭意検討した結果、特定の気相法炭素繊維が、塵埃発生量が少なく、樹脂本来の衝撃特性を向上させる効果はないが、他の炭素系フィラーに比して耐衝撃性を低下させないことを見出し、本発明に達した。

#### 【0010】

即ち、本発明は、

[1] 導電性樹脂複合材のための炭素系導電性フィラーであり、繊維径 $50 \sim 200 \text{ nm}$ 、アスペクト比 $15 \sim 1000$ 、ラマン散乱スペクトルの $1580 \text{ cm}^{-1}$ 及び $1360 \text{ cm}^{-1}$ のピーク強度比( $I_{1360} = I_{1360} / I_{1580}$ ): $0.1 \sim 1$ の気相法炭素繊維であるマトリックス樹脂に添加した場合、該マトリックス樹脂の衝撃特性を低下させないことを特徴とする炭素系導電性フィラー、

[2] 炭素系導電性フィラーがBET比表面積 $5 \sim 50 \text{ m}^2 / \text{g}$ の気相法炭素繊維である上記[1]に記載の炭素系導電性フィラー、

#### 【0011】

[3] マトリックス樹脂中に気相法炭素繊維を含有する複合材料において、上記[1]又は[2]に記載の気相法炭素繊維の含有量が $3 \sim 70$ 質量%であることを特徴とする導電性樹脂複合材組成物、

[4] マトリックス樹脂が、熱可塑性合成樹脂及び熱硬化性合成樹脂の少なくとも1種である上記[3]に記載の導電性樹脂複合材組成物、

[5] マトリックス樹脂に、エラストマー又はゴム成分を添加した合成樹脂である上記[3]又は[4]に記載の導電性樹脂複合材組成物、

#### 【0012】

[6] 衝撃特性が、ASTM D 256に準拠したノッチ付IZOD衝撃において、[炭素系導電性フィラー含有マトリックス樹脂/マトリックス樹脂] $= 1 \sim 1.5$ である上記[3]～[5]のいずれかに記載の導電性樹脂複合材組成物、

[7] 上記[3]～[6]のいずれかに記載の導電性樹脂複合材組成物を用いた合成樹脂成形体、及び

[8] 上記[3]～[6]のいずれかに記載の導電性樹脂複合材組成物を用いた電気・電子部品用容器、を開発することにより上記の課題を解決した。

#### 【発明の効果】

#### 【0013】

本発明は、特定の気相法炭素繊維の添加で安定した導電性ネットワークを形成すること

により高い導電性を付与するだけでなく、絶縁性樹脂に導電性フィラーを配合することにより従来避けること不可能とされていた樹脂本来が有する耐衝撃特性の低下を克服したものであり、その産業上の利用価値は極めて大きい。

本発明に係る導電性組成物は、成形品からの炭素微粒子の脱離が少なく、樹脂本来が有する衝撃特性を損なうことなく、高い導電性のみならず、耐摺動性、高い熱伝導性、高い強度、高い弾性率さらには、成形時の高い流動性や成形品の表面平滑性を得ることができる特性を有する。

また、この導電性組成物から得られる成形品は機械的強度、塗装性、熱安定性、衝撃強度に優れ、かつ導電性、帯電防止性に優れているので、電気電子部品の搬送、包装用部品、電気電子分野やOA機器用部品、静電塗装用の自動車部品など、多くの分野に有利に適用できる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0014】

導電性添加剤として最も多く使用されるカーボンブラックは、比表面積が数 $100\text{ m}^2/\text{g}$ と大きく、ストラクチャー構造が発達し、少量添加で導電ネットワークを形成し、導電性が良好である。しかし裏返して考えてみると、成形品からの炭素微粒子の脱離が多く、またカーボンブラックの表面は欠陥の数が極めて多く、導電ネットワークの凝集構造もその欠陥を構造内にそのまま包含することになり、そのため樹脂組成物耐衝撃強度の大幅な低下が避けられなかった(図1参照)。

【0015】

一方、大きさ数ミクロン以上の粒状黒鉛は、比表面積が $\text{m}^2/\text{g}$ として1桁程度である。この場合は、粒子1個当たりの欠陥の数は少ない反面、そのサイズは非常に大きくなり、そのため比表面積は小さくても衝撃強度は低下する。さらに導電性ネットワークの形成が小さくなるため導電性も不十分となる。

PAN系又はピッチ系の炭素繊維については、一般に使用されているものは繊維径が平均約 $7\text{ }\mu\text{m}$ で繊維長が平均約 $6\text{ mm}$ 位のものが多い。この場合も、粒状黒鉛同様に、1本当たりの欠陥の数は少ないがそのサイズは非常に大きくなるため、耐衝撃強度は大きく低下する。

【0016】

中空炭素ファイブрил(カーボンナノチューブ)については、気相法炭素繊維に比べ、繊維径は $2\sim 30\text{ nm}$ 以下と非常に小さい。したがって、1本当たりの欠陥はそれほど問題にならないが、繊維の本数が非常に多くなるので、または、比表面積が大きくなるので、カーボンブラックほど衝撃値の低下は示さない。しかしサイズの小さい欠陥の数が極めて多くなる。衝撃値低下が小さいのは繊維形状の補強効果であると考えられる。

【0017】

本発明の気相法炭素繊維においても、アスペクト比が15未満になると、繊維末端の欠陥数が多くなり、衝撃値の低下傾向を示す。

以上のような検討の結果、特定の比表面積、アスペクト比を有する気相法炭素繊維が樹脂本来の衝撃特性を低下させないことを見出した(図1参照)。

【0018】

本発明で用いる気相法炭素繊維は、例えば不活性ガス、かつ高温雰囲気下に、触媒となる鉄と共にガス化された有機化合物を吹き込むことにより製造することができる(例えば特開平7-150419号公報など参照)。

気相法炭素繊維は、生成したままでも、又は例えば生成したものを $800\sim 1500^\circ\text{C}$ で熱処理したものでも、あるいは例えば生成したものを $2000\sim 3000^\circ\text{C}$ で黒鉛化処理したもののいずれもが使用可能である。

【0019】

この様にして製造した気相法炭素繊維の断面は完全な円に限らず楕円や多角化のものを含む。さらに繊維表面には、熱分解炭素が析出してできた炭素質物質の存在もある。気相法炭素繊維の製造後、 $2000^\circ\text{C}$ 以上の温度で熱処理を行うことでさらに黒鉛の結晶化度

を上げ、導電性を増すことができる。

#### 【0020】

本発明で使用する気相法炭素繊維は、衝撃特性を低下させない範囲としては以下の物性を有するものが好ましい。

イ) 比表面積:  $5 \sim 50 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、好ましくは  $12 \sim 30 \text{ m}^2 / \text{g}$ 。

ロ) アスペクト比:  $15 \sim 1000$ 、好ましくは  $30 \sim 800$ 、より好ましくは  $50 \sim 600$  である。一般にはアスペクト比が大きいときは耐衝撃性が大きくなるが、これが  $1000$  を超えるときは繊維同士の絡み合いがおきて導電性の低下、成形時の流動性の低下、さらには耐衝撃性の低下がおきる場合もある。

#### 【0021】

ハ) 繊維含有量: 複合材に対して気相法炭素繊維含有量が  $3 \sim 70$  質量%、好ましくは  $10 \sim 60$  質量%、より好ましくは  $15 \sim 50$  質量%。

ニ) 繊維径:  $50 \sim 200 \text{ nm}$ 、好ましくは  $80 \sim 180 \text{ nm}$ 。

ホ) ラマン散乱スペクトルの  $1580 \text{ cm}^{-1}$  及び  $1360 \text{ cm}^{-1}$  のピーク強度比 ( $I_{1360} = I_{1360} / I_{1580}$ ):  $0.1 \sim 1$ 、好ましくは  $0.1 \sim 0.8$ 。

気相法炭素繊維の結晶化が進んだ黒鉛化品は  $0.1$  に近いが、黒鉛化していない炭素は  $2.0$  に近い。

ヘ) 導電性: 体積固有抵抗:  $10^{12} \sim 10^{-3} \Omega \text{ cm}$ 、好ましくは  $10^9 \sim 10^{-3} \Omega \text{ cm}$ 。

ト) 比表面積:  $5 \sim 50 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、好ましくは  $10 \sim 30 \text{ m}^2 / \text{g}$ 。

#### 【0022】

本発明において用いられるマトリックス樹脂としては、熱硬化性樹脂および熱可塑性樹脂のどちらも使用することができ、特に制限はないが目的に応じて選択することが必要である。性能的に好ましい樹脂としては物性的に優れているエンジニアリングプラスチック、スーパーエンジニアリングプラスチックであり、価格の面からは汎用熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂等である。

#### 【0023】

かかる熱可塑性樹脂としては、成形分野で使用される樹脂であれば特に制限はなく、例えば、ポリエチレンテレフタレート (PET)、ポリブチレンテレフタレート (PBT)、ポリトリメチレンテレフタレート (PTT)、ポリエチレンナフタレート (PEN)、液晶ポリエステル (LCP) 等のポリエステル樹脂や、ポリエチレン (PE)、ポリプロピレン (PP)、ポリブテン-1 (PB-1)、ポリブチレン等のポリオレフィンや、スチレン系樹脂の他、ポリオキシメチレン (POM)、ポリアミド (PA)、ポリカーボネート (PC)、ポリメチレメタクリレート (PMMA)、ポリ塩化ビニル (PVC)、ポリフェニレンエーテル (PPE)、ポリフェニレンスルフィド (PPS)、ポリイミド (PI)、ポリアミドイミド (PAI)、ポリエーテルイミド (PEI)、ポリスルホン (PSU)、ポリエーテルスルホン、ポリケトン (PK)、ポリエーテルケトン (PEK)、ポリエーテルエーテルケトン (PEEK)、ポリエーテルケトンケトン (PEKK)、ポリアリレート (PAR)、ポリエーテルニトリル (PEN)、フェノール樹脂 (ノボラック型など) フェノキシ樹脂、ポリテトラフルオロエチレン (PTFE) などのフッ素系樹脂等のエンジニアリングプラスチック、スーパーエンジニアリングプラスチック、更にポリスチレン系、ポリオレフィン系、ポリウレタン系、ポリエステル系、ポリアミド系、ポリブタジエン系、ポリイソプレン系、フッ素系等の熱可塑性エラストマー等や、これらの共重合体、変性体、および2種類以上ブレンドした樹脂であってもよい。

#### 【0024】

また、更に耐衝撃性向上のために、上記熱可塑性樹脂にその他のエラストマーもしくはゴム成分を添加した樹脂であってもよい。

熱硬化性樹脂としては、成形分野で使用される樹脂であれば特に制限はなく、例えば、不飽和ポリエステル、ビニルエステル、エポキシ、フェノール (レゾール型)、ユリア・メラミン、ポリイミド等や、これらの共重合体、変性体、および、2種類以上ブレンドし



た樹脂などを使用することができる。また、更に耐衝撃性向上のために、上記熱硬化性樹脂にエラストマーもしくはゴム成分を添加した樹脂であってもよい。

#### 【0025】

一般に衝撃性改良のために使用されるエラストマー、EPRやEPDMのようなオレフィン系エラストマー、スチレンとブタジエンの共重合体から成るSBR等のスチレン系エラストマー、シリコン系エラストマー、ニトリル系エラストマー、ブタジエン系エラストマー、ウレタン系エラストマー、ナイロン系エラストマー、エステル系エラストマー、フッ素系エラストマー、天然ゴムおよびそれらのエラストマーに反応部位（二重結合、無水カルボキシ基等）を導入した変性物のようなものが使用される。

気相法炭素繊維のマトリックス樹脂における含有量は、マトリックス樹脂の衝撃特性が低下させなければ制限がないが、樹脂組成物中の3～70質量%、好ましくは5～60質量%、特に好ましくは10～50質量%である。

#### 【0026】

本発明に係る導電性組成物には、本発明の目的、効果を損なわない範囲で、他の各種樹脂添加剤を配合することができる。配合できる樹脂添加剤としては、例えば、着色剤、可塑剤、滑剤、熱安定剤、光安定剤、紫外線吸収剤、充填剤、発泡剤、難燃剤、防錆剤などが挙げられる。これらの各種樹脂添加剤は、本発明に係る導電性プラスチックを調整する際の最終工程で配合するのが好ましい。

#### 【0027】

導電性プラスチックを構成する各成分を混合・混練する方法としては、

(1) 所定量の各成分をタンブラーミキサーなどの混合機で混合し、この混合物を各種混練機、例えば、1軸押出機、多軸押出機、バンバリーミキサー、加圧ニーダー、加熱ロール、プラベンダープラストグラムなどの各種溶融・混練機で溶融・混練した後、粒状化する方法、(2) 適当な溶媒、例えば、ヘキサン、ヘプタン、ベンゼン、トルエン、キシレンなどの炭化水素、およびその誘導体に上記成分を添加し、溶解する成分同士または溶解する成分と不溶解成分を懸濁状態で混合する溶液混合方法などが挙げられるが、これらの方法に限定されるものではない。

工業的観点からは、上記(1)の溶融・混練法が好ましい。

#### 【0028】

本発明に係る導電性プラスチックは、耐衝撃性と共に導電性や帯電防止性が要求される製品、例えばOA機器、電子機器、導電性包装用部品、帯電防止性包装用部品、静電塗装が適用される自動車部品などの製造用の成形材料として好適に使用できる。これら製品を製造する際には、従来から知られている導電性プラスチックの成形法によることが出来る。成形法としては、例えば、射出成形法、中空成形法、押出成形法、シート成形法、熱成形法、回転成形法、積層成形法、トランスファー成形法などが挙げられる。

#### 【実施例】

#### 【0029】

以下に本発明を実施例によって、詳しく説明するが、本発明はこれらの範囲に限定されるものではない。

(実施例1～11、比較例1～11)

実施例および比較例の配合を表1、表2に示す。配合表にしたがって、樹脂および導電性フィラーを溶融混練し、その混練物を射出成形してISO178試験片を作成し、そこから、ノッチ付きIZOD試験片を切削加工した。使用した樹脂、導電性フィラー、混練条件、成形条件、評価方法の詳細については以下に示した。各実施例および比較例のノッチ付きIZOD衝撃値を表3に示す。

#### 【0030】

[混練方法]

イ) 熱可塑性樹脂

池貝製同方向2軸押出機(PCM30)を使用した。混練温度は270℃で行った。

ロ) 熱硬化性樹脂

ダイハン (株) 製 5 インチロールを使用した。ロール温度は 60℃ に設定した。

【0031】

[成形方法]

イ) 熱可塑性樹脂

住友重機 (株) 製 サイキャップ型 締力 75 トン 射出成形機を使用して、成形温度 280 ~ 320℃、金型温度 100 ~ 170℃ にて、ASTM D 256 に準拠した IZOD 試験片を成形し、切削加工により ノッチ付き IZOD 衝撃試験片を作成した。

ロ) 熱硬化性樹脂

名機製作所 (株) 製 M-70C-TS を使用して、成形温度 120℃、金型温度 150℃ にて、ASTM D 256 に準拠した IZOD 試験片を成形し、切削加工により ノッチ付き IZOD 衝撃試験片を作成した。

【0032】

[気相法炭素繊維]

イ) VGCF (登録商標) : 昭和電工製 気相法炭素繊維 (繊維径 0.1 ~ 0.2 μm、繊維長 10 ~ 50 μm) を使用した。比表面積 13 m<sup>2</sup> / g、アスペクト比 70、I<sub>0</sub> = 0.1

ロ) VGNF (登録商標) : 昭和電工製 気相法炭素繊維 (繊維径 0.08 ~ 0.12 μm、繊維長 10 ~ 50 μm) を使用した。比表面積 20 m<sup>2</sup> / g、アスペクト比 500、I<sub>0</sub> = 0.1

ハ) VGCF (登録商標) 粉碎品 : 上記 VGCF を粉碎機で粉碎し、アスペクト比を 10 にしたものを使用した。比表面積 14 m<sup>2</sup> / g、アスペクト比 10、I<sub>0</sub> = 0.1

【0033】

[カーボンブラック]

ライオン (株) 製の ケッチェンブラック 600 JD (KB 600 JD) を使用した。比表面積 800 m<sup>2</sup> / g

[カーボンナノチューブ : CNT (中空炭素フィブリル) ]

ハイペリオンキャタリシス (株) 製 PA 66 マスターバッチ (RMB 4620-00) : CNT 20 質量% 含有) を使用した。比表面積 250 m<sup>2</sup> / g。

【0034】

[使用したプラスチック]

イ) 熱可塑性樹脂

ポリアミド 66 (PA 66) : 東レ製 アミラン CM3001

ロ) 熱硬化性樹脂

アリルエステル樹脂 : 昭和電工製 AA101, 粘度 630000 cps (30℃)

ハ) 有機過酸化化物として、ジクミルパーオキサイド 日本油脂製 : パークミル D を使用した。

ニ) エチレン系エラストマー : 三菱化学 (株) 製 ; アドテックス ET182

【0035】

[評価物性 : 衝撃特性の測定方法]

イ) ノッチ付き IZOD 衝撃値 : ASTM D 256 に準拠した。

ロ) 体積固有抵抗 : JIS K 7194 の測定法に準拠し、四探針法により測定した。

ハ) ラマン散乱スペクトル : 1580 cm<sup>-1</sup> 及び 1360 cm<sup>-1</sup> のピーク強度比 (I<sub>0</sub> = I<sub>1360</sub> / I<sub>1580</sub>) で測定した。

【0036】

【表 1】

実施例	樹脂名	配合量 質量%	導電性フィラー	配合量 質量%
1	PA66	90	VGCF	10
2	PA66	80	VGCF	20
3	PA66	40	VGCF	60
4	PA66	90	VGNF	10
5	PA66	80	VGNF	20
6	PA66+ ET182	64/16	VGCF	20
7	アリルエステル	95	VGCF	5
8	アリルエステル	80	VGCF	20
9	アリルエステル	60	VGCF	40
10	アリルエステル	30	VGCF	70
11	アリルエステル	90	VGNF	10
12	アリルエステル	80	VGNF	20

【0037】

【表 2】

比較例	樹脂名	配合量 質量%	導電性フィラー	配合量 質量%
1	PA66	100		
2	PA66	90	KB600JD	10
3	PA66	80	KB600JD	20
4	PA66	90	CNT	10
5	PA66	80	CNT	20
6	PA66	40	VGCF粉砕品	60
7	アリルエステル	100		
8	アリルエステル	90	KB600JD	10
9	アリルエステル	80	KB600JD	20
10	アリルエステル	90	CNT	10
11	アリルエステル	80	CNT	20

【0038】

【表3】

実施例	ノッチ付IZOD 衝撃 (J/m)	比衝撃 値 *1	体積固有 抵抗 ( $\Omega\text{cm}$ )	ラムビ-ク 強度比	比較例	ノッチ付IZOD 衝撃 (J/m)	体積固有 抵抗 ( $\Omega\text{cm}$ )	ラムビ-ク 強度比
1	0.5	1.3	$3.0 \times 10^6$	0.1	1	0.4	$5.5 \times 10^{15}$	
2	0.5	1.3	$4.5 \times 10^0$	0.1	2	0.1	$7.0 \times 10^2$	2.2
3	0.4	1.0	$1.0 \times 10^{-3}$	0.1	3	0.05	$4.0 \times 10^0$	2.2
4	0.5	1.3	$2.0 \times 10^2$	0.1	4	0.35	$7.0 \times 10^2$	1.2
5	0.5	1.3	$5.0 \times 10^{-1}$	0.1	5	0.2	$3.0 \times 10^{-1}$	1.2
6	2.5		$1.0 \times 10^0$	0.1	6	0.35	$4.5 \times 10^{-1}$	0.1
7	1.2	1.2	$3.5 \times 10^8$	0.1	7	1.0	$7.5 \times 10^{15}$	
8	1.2	1.2	$3.0 \times 10^{-1}$	0.1	8	0.2	$4.5 \times 10^2$	2.2
9	1.1	1.1	$6.0 \times 10^{-2}$	0.1	9	0.05	$7.5 \times 10^0$	2.2
10	1.0	1.0	$2.0 \times 10^{-3}$	0.1	10	0.8	$4.5 \times 10^2$	1.2
11	1.2	1.2	$4.0 \times 10^1$	0.1	11	0.3	$2.5 \times 10^{-1}$	1.2
12	1.2	1.2	$3.5 \times 10^{-2}$	0.1				

\*1: 比衝撃値: 衝撃特性 [炭素系導電性フィラー含有マトリックス樹脂 / マトリックス樹脂] の比

## 【産業上の利用可能性】

【0039】

本発明は、特定の気相法炭素繊維の添加で安定した導電性ネットワークを達成したものであり、導電性が高く、成形品からの炭素微粒子の脱離量が少なく、更に従来不可能とされていた樹脂本来の衝撃特性の低下を克服したものであり、その産業上の利用価値は極めて大きい。

本発明に係る導電性組成物は、樹脂本来が有する衝撃特性を損なうことなく、導電性のみでなく、強度、弾性率、さらには、成形時の流動性、成形品の表面平滑性を得ることができる。

また、この導電性組成物から得られる成形品は、機械的強度、塗装性、熱安定性、衝撃強度に優れ、かつ導電性、帯電防止性に優れているので、電気電子部品の搬送、包装用部品、電気電子分野やOA機器用部品、静電塗装用の自動車部品など、多くの分野に有用である。

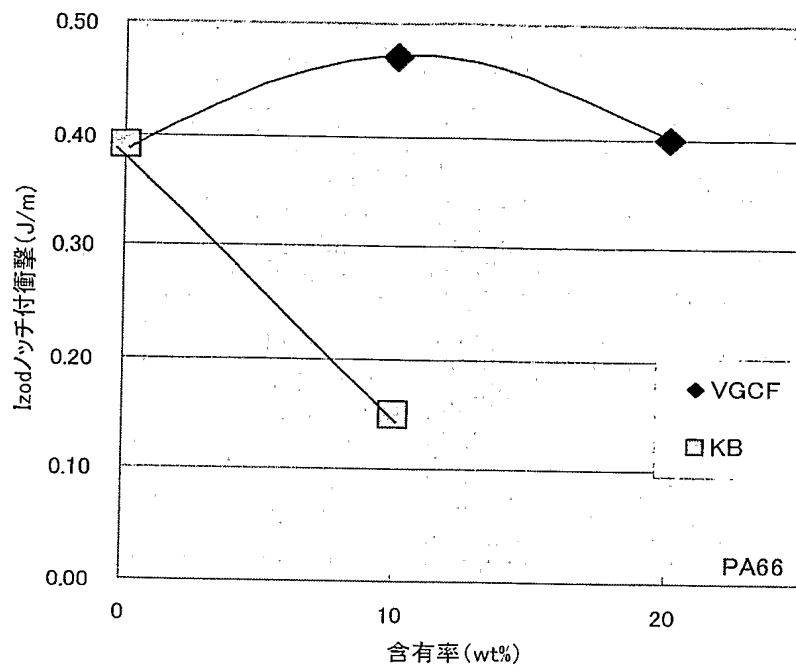
## 【図面の簡単な説明】

【0040】

【図1】 ポリアミド樹脂にカーボンブラック、気相法炭素繊維を配合したときの配合量による衝撃特性の変化。

【書類名】 図面

【図 1】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】 絶縁性の樹脂に導電性を付与すると共に、樹脂本来の成形時の流動性、衝撃特性を低下させないで、強度、弾性率、さらには、成形品の表面平滑性を得ることができる、成形品からの炭素微粒子の脱離量の少ない炭素系導電性フィラーおよびその組成物の開発。

【解決手段】 導電性樹脂複合材のための導電性フィラーであり、繊維径 50～200 nm、アスペクト比 15～1000、ラマン散乱スペクトルの  $1580\text{ cm}^{-1}$  及び  $1360\text{ cm}^{-1}$  のピーク強度比 ( $I_{1360} = I_{1360} / I_{1580}$ ) : 0.1～1 の気相成長法炭素繊維であるマトリックス樹脂に添加した場合、衝撃特性を低下させないことを特徴とする炭素系導電性フィラー、それを用いた導電性樹脂複合材組成物並びに合成樹脂成形体の提供。

【選択図】

図 1

特願 2 0 0 4 - 1 2 0 4 2 9

ページ： 1/E

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 2 0 0 4 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 7 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都港区芝大門 1 丁目 1 3 番 9 号

氏 名

昭和電工株式会社